

(19) 日本国特許庁 (JP)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開平 1 1 - 1 2 5 9 3 0

(43) 公開日 平成 11 年 (1999) 5 月 11 日

(51) Int. Cl. <sup>6</sup>	識別記号	F I
G 0 3 G	9/08	G 0 3 G 9/08 3 6 5
	9/09	3 6 1
	9/087	3 8 4

審査請求 未請求 請求項の数 4

O L

(全 9 頁)

(21) 出願番号 特願平 9 - 289930

(22) 出願日 平成 9 年 (1997) 10 月 22 日

(71) 出願人 000004628

株式会社日本触媒

大阪府大阪市中央区高麗橋 4 丁目 1 番 1 号

(72) 発明者 串野 光雄

大阪府吹田市西御旅町 5 番 8 号 株式会社日本触媒内

(72) 発明者 松本 誠

大阪府吹田市西御旅町 5 番 8 号 株式会社日本触媒内

(74) 代理人 弁理士 八田 幹雄 (外 1 名)

(54) 【発明の名称】 フラッシュ定着電子写真用重合トナー

(57) 【要約】

【課題】 高い赤外線吸収能を有しフラッシュ定着性が良好でかつ経済的に安価なフラッシュ定着電子写真トナーを提供する。

【解決手段】 重合により得られる樹脂粒子を直接あるいはさらにこれを凝集処理して得られる粒子を用いてなる、少なくとも前記樹脂成分、着色剤および赤外線吸収剤を含有する重合トナーであって、前記赤外線吸収剤が微分散化処理された後に重合系ないし凝集処理系に添加されたものであり、また前記赤外線吸収剤は波長 7 5 0 ~ 1 1 0 0 n m に最大吸収波長を有しており、さらに前記赤外線吸収剤の添加量がトナー全重量の 0 . 0 1 重量% ~ 5 重量% の範囲にあることを特徴とするフラッシュ定着電子写真用重合トナー。

## 【特許請求の範囲】

【請求項 1】 重合により得られる樹脂粒子を直接あるいはさらにこれを凝集処理して得られる粒子を用いてなる、少なくとも前記樹脂成分、着色剤および赤外線吸収剤を含有する重合トナーであって、前記赤外線吸収剤が微分散化処理された後に重合系ないし凝集処理系に添加されたものであり、また前記赤外線吸収剤は波長 750～1100 nm に最大吸収波長を有しており、さらに前記赤外線吸収剤の添加量がトナー全重量の 0.01 重量%～3 重量%の範囲にあることを特徴とするフラッシュ定着電子写真用重合トナー。

【請求項 2】 前記着色剤が黒色以外の着色剤である請求項 1 に記載のフラッシュ定着電子写真トナー。

【請求項 3】 重合により得られる樹脂粒子を直接あるいはさらにこれを凝集処理して得られる粒子を用いてなる、少なくとも前記樹脂成分、着色剤および赤外線吸収剤を含有する重合トナーの製造方法であって、前記赤外線吸収剤を微分散化処理した後に重合系ないし凝集処理系に添加するものであり、また前記赤外線吸収剤が波長 750～1100 nm に最大吸収波長を有しており、さらに前記赤外線吸収剤の添加量をトナー全重量の 0.01 重量%～3 重量%の範囲とすることを特徴とする非接触定着用重合トナーの製造方法。

【請求項 4】 前記赤外線吸収剤の微分散化処理が重合性単量体、溶剤、水系媒体あるいは重合性単量体に溶解可能な樹脂に対して行われるものである請求項 3 に記載の非接触定着用重合トナーの製造方法。

## 【発明の詳細な説明】

## 【0001】

【発明の属する技術分野】本発明は、フラッシュ定着電子写真用重合トナーに関するものである。詳しく述べると本発明は、フラッシュ定着性が良好でかつ経済的に安価なフラッシュ定着電子写真用重合トナーに関するものである。

## 【0002】

【従来の技術】電子写真方式における被印刷物への画像定着方式としては、従来主としてヒートロール方式が使用されている。しかしながら、この方式は、トナーにより画像形成された紙等の被印刷物を加熱ロール間に通して、トナーを被印刷物に熱圧着させるものであるため、定着部で目詰まりを起こしたり、画像が押しつぶされるため解像度が低下する、被印刷物の種類が限られる等の問題を有するものである。

【0003】フラッシュ定着方式は、非接触定着法の一つであって、上記したようなヒートロール方式における問題はなく優れた定着方式であるが、キセノンフラッシュランプの光、特に赤外光をトナー中の成分が吸収することで溶融し定着するものであるため、赤外光の吸収能を有しないまたは弱い色剤を多く用いるカラートナーでは、定着不良が生じる。

【0004】このような定着不良の問題を解決する方法として、特開昭 63-161460 号公報には、フラッシュ定着トナー中に波長 800～1100 nm に光吸収ピークを有する赤外線吸収剤を分散配合することが提案されている。また、特開昭 60-57858 号公報、特開昭 60-63546 号公報、特開昭 61-132959 号公報には、800～1100 nm に光吸収ピークを有する特定の化合物をトナー組成物に対し 1 重量%～10 重量%添加することが提案されている。

## 【0005】

【発明が解決しようとする課題】しかしながら、上記の先行文献に記載されるフラッシュ定着トナーはすべて粉砕法により得られるトナーである。

【0006】粉砕法により製造されるトナーは、小粒径のトナーが得られにくく、また形状も不定形であり十分な流動性が得られにくい。このためフラッシュ定着の高解像度が得られる特徴を充分発揮できないものである。

【0007】これゆえ、赤外線吸収剤の光吸収による発熱作用により結着樹脂を充分溶解するには、赤外線吸収剤の添加量が必然的に多くなり、非効率かつ非経済的であった。

【0008】加えて、添加量が多くなるゆえ、赤外線吸収剤の持つ色調による色汚染、及びこれらの化合物の構造あるいは官能基等による帯電性への影響の問題もしょうじるものであった。

【0009】したがって、本発明は、新規なフラッシュ定着電子写真トナーを提供することを課題とする。本発明はまた、高い赤外線吸収能を有しフラッシュ定着性が良好でかつ経済的に安価なフラッシュ定着電子写真トナーを提供することを課題とするものである。

## 【0010】

【課題を解決するための手段】上記諸目的は、下記(1)～(4)により達成される。

【0011】(1) 重合により得られる樹脂粒子を直接あるいはさらにこれを凝集処理して得られる粒子を用いてなる、少なくとも前記樹脂成分、着色剤および赤外線吸収剤を含有する重合トナーであって、前記赤外線吸収剤が微分散化処理された後に重合系ないし凝集処理系に添加されたものであり、また前記赤外線吸収剤は波長 750～1100 nm に最大吸収波長を有しており、さらに前記赤外線吸収剤の添加量がトナー全重量の 0.01 重量%～3 重量%の範囲にあることを特徴とするフラッシュ定着電子写真用重合トナー。

【0012】(2) 前記着色剤が黒色以外の着色剤である上記(1)に記載のフラッシュ定着電子写真トナー。

【0013】(3) 重合により得られる樹脂粒子を直接あるいはさらにこれを凝集処理して得られる粒子を用いてなる、少なくとも前記樹脂成分、着色剤および赤外線吸収剤を含有する重合トナーの製造方法であって、前

記赤外線吸収剤を微分散化処理した後に重合系ないし凝集処理系に添加するものであり、また前記赤外線吸収剤が波長750～1100nmに最大吸収波長を有しており、さらに前記赤外線吸収剤の添加量をトナー全重量の0.01重量%～3重量%の範囲とすることを特徴とする非接触定着用重合トナーの製造方法。

【0014】(4) 前記赤外線吸収剤の微分散化処理が重合性単量体、溶剤、水系媒体あるいは重合性単量体に溶解可能な樹脂に対して行われるものである上記

(3)に記載の非接触定着用重合トナーの製造方法。

【0015】

【作用】このように本発明においては、フラッシュ定着電子写真トナーを重合法によって製造するため、容易に小粒径トナーが得られ、かつ球形状であるため流動性が良好で、フラッシュ定着法のもつ高解像度が得られると言う特徴を充分発揮できるものである。

【0016】また本発明においては、トナーに添加される赤外線吸収剤を、微分散化処理した後添加するものであるから赤外線吸収剤をトナー粒子間および粒子内に均一に微分散することができる。さらに本発明に用いられる赤外線吸収剤は波長750～1100nmに最大吸収波長を有するものであってキセノンフラッシュ光を効率よく吸収できる。

【0017】このため赤外線吸収剤の添加効率が高く、少量の添加で充分な定着が得られ、経済的にも有利であり、色汚染の問題、帯電性への影響もほとんどない。

【0018】さらに本発明による製造方法では、従来の粉砕法では分散不良を生じ使用困難であった赤外線吸収剤であっても、微分散化が可能で良好な結果を得ることができる。

【0019】

【発明の実施の形態】以下、本発明を実施態様に基づきより詳細に説明する。

【0020】本発明のフラッシュ定着電子写真用重合トナーを製造するにおいて用いられる重合性単量体としては、懸濁重合、乳化重合、分散重合等の重合物を球状微粒子として得ることのできる重合方法によって重合可能なものであれば特に限定されるわけではなく、トナーの分野において一般的に用いられている各種のビニル系単量体、例えば、スチレン、*o*-メチルスチレン、*m*-メチルスチレン、*p*-メチルスチレン、 $\alpha$ -メチルスチレン、*p*-メトキシスチレン、*p*-tert-ブチルスチレン、*p*-フェニルスチレン、*o*-クロロスチレン、*m*-クロロスチレン、*p*-クロロチレン等のスチレン系単量体；アクリル酸メチル、アクリル酸エチル、アクリル酸*n*-ブチル、アクリル酸イソブチル、アクリル酸ドデシル、アクリル酸ステアシル、アクリル酸2-エチルヘキシル、アクリル酸テトラヒドロフルフリル、メタクリル酸メチル、メタクリル酸エチル、メタクリル酸プロピル、メタクリル酸*n*-ブチル、メタクリル酸イソブチ

ル、メタクリル酸*n*-オクチル、メタクリル酸ドデシル、メタクリル酸2-エチルヘキシル、メタクリル酸ステアシル等の(メタ)アクリル酸エステル系単量体；エチレン、プロピレン、ブチレン等のオレフィン系単量体、その他、アクリル酸、メタクリル酸、塩化ビニル、酢酸ビニル、アクリロニトリル、アクリルアミド、メタクリルアミド、*N*-ビニルピロリドン等を単独でまたは2種以上組合せて用いることが可能である。

【0021】さらに分子間に架橋構造を有するものを得ようとする場合、例えば、ジビニルベンゼン、ジビニルナフタリン、これらの誘導体等の芳香族ジビニル化合物、エチレングリコールジメタクリレート、トリエチレングリコールジメタクリレート、トリメチロールプロパントリアクリレート、アリルメタクリレート、 $\gamma$ -ブチルアミノエチルメタクリレート、テトラエチレングリコールジメタクリレート、1,3-ブタンジオールジメタクリレート等のごときジエチレン性不飽和カルボン酸エステル、*N*,*N*-ジビニルアニリン、ジビニルエーテル、ジビニルサルファイド、ジビニルスルホン酸の全てのジビニル化合物及び3個以上のビニル基を有する化合物等を架橋成分として添加することが可能である。さらに、ポリブタジエン、ポリイソブレン、不飽和ポリエステル、クロロスルホン化ポリオレフィン等も有効である。

【0022】さらに重合性単量体組成物中に、重合性単量体組成と同様のものよりなる(共)重合体あるいはその他の(共)重合体、例えば、スチレン系樹脂、スチレン・アクリレート系樹脂、ロジン誘導体、芳香族系石油樹脂、ピネン系樹脂、エポキシ系樹脂、クマロン系樹脂などを添加することで粒度分布の均一化を図ることができる。重合体としては特に限定されるものではないが、例えば重量平均分子量500～100000程度、より好ましくは1000～50000程度が適当である。このような(共)重合体の添加量は重合性単量体100重量部に対し0～50重量部程度が適当である。

【0023】また着色剤としては、従来公知のものがいづれも使用でき、例えば、カーボンブラック、ファーンブラック、アセチレンブラック等の黒色着色剤、黄鉛、カドミウムエロー、黄色酸化鉄、チタン黄、クロムエロー、ナフトールエロー、ハンザエロー、ピグメントエロー、ベンジジンエロー、パーマネントエロー、キノリンエローレーキ、アンスラビリミジンエロー等の黄色着色剤、パーマネントオレンジ、モリブデンオレンジ、バルカンファーストオレンジ、ベンジンオレンジ、インダンスレンブリリアントオレンジ等の橙色着色剤、酸化鉄、アンバー、パーマネントブラウン等の褐色着色剤、ベンガラ、ローズベンガラ、アンチモン末、パーマネントレッド、ファイヤーレッド、ブリリアントカーミン、ライトファストレッドトナー、パーマネントカーミン、ピラズロンレッド、ボルドー、ヘリオボルドー、ロ

ーダミンレーキ、デュボンオイルレッド、チオインジゴレッド、チオインジゴマルーン、ウォッチングレッドストロンチウム等の赤色着色剤、コバルト紫、ファーストバイオレット、ジオキサニバイオレット、メチルバイオレットレーキ等の紫色着色剤、メチレンブルー、アニリンブルー、コバルトブルー、セルリアンブルー、カルコオイルブルー、無金属フタロシアニンブルー、フタロシアニンブルー、ウルトラマリンブルー、インダンスレンブルー、インジゴ等の青色着色剤、クロムグリーン、コバルトグリーン、ピグメントグリーンB、グリーンゴールド、フタロシアニングリーン、マラカイトグリーンオクサレート、ポリクロムブロン銅フタロシアニン等の緑色着色剤などの顔料または染料を例示することができ、これらの顔料または染料は単独あるいは複数組み合わせて用いることができる。

【0024】なお、本発明のフラッシュ定着電子写真トナーは、赤外線吸収剤の添加によるフラッシュ定着性の改良を図ったものであるため、特に、黒色以外の着色剤を用いたカラートナーの場合に効果が大きいものである。

【0025】これらの着色剤は、特に限定されるものではないが、トナー組成物中に、3～15重量%配合されるものであることが好ましい。

【0026】本発明のフラッシュ定着電子写真トナーは、さらに赤外線吸収剤が添加されてなるものである。本発明において用いられる赤外線吸収剤としては、最大吸収波長が750～1100nmのものが好ましく、より好ましくは800～1100nmである。

【0027】本発明において使用される赤外線吸収剤は、上記のごとく波長750～1100nmに最大吸収波長を有するものであり、かつ、重合性単量体、溶剤、水系媒体、樹脂等に溶解ではなく分散可能なものであれば、特に限定はない。

【0028】本発明において用いることのできる赤外線吸収剤の具体例としては、当該赤外線吸収剤を微分散化処理しようとする、重合性単量体、溶剤、水系媒体、樹脂等の対象物及びこれらの種類によっても左右されるため、一概には示しにくいのが、例えば、シアニン化合物系、ジイモニウム化合物系、アミニウム化合物系、Ni錯体化合物系、フタロシアニン化合物系、アントラキノ化合物系、及びナフトロシアニン化合物系などである。

【0029】具体的には、日本化薬製のK a y a s o r b 1R-750、1RG-022、1RG-023、1R-820B、CY-2、CY-4、CY-9、CY-17、CY-20等、及びビス(1,2-ジフェニレン-1,2-ジチオール)ニッケル等が挙げられる。

【0030】なお、フラッシュ定着は、ヒートロール定着とは異なり、キセノンフラッシュランプの照射光(主に波長800nm～1100nmの近赤外光)を吸収吸

熱して定着するため、瞬時的に、300℃～600℃程度の温度に達する。このため赤外線吸収剤の熱分解開始温度つまり耐熱温度が低いものであると、分解ガスによる定着画像におけるボイド(白抜け)の発生原因となる虞れがある。従って赤外線吸収剤の耐熱温度は、230℃以上であることが好ましく、より好ましくは250℃以上、最も好ましくは300℃以上である。

【0031】本発明のフラッシュ定着電子写真トナーにおいて、このような赤外線吸収剤の添加量は、最終的に得られるトナー組成物全重量の0.01重量%～3重量%、好ましくは0.01重量%～2重量%の割合とされる。すなわち、添加量が0.01重量%未満では、赤外線吸収剤が得られるトナー粒子内において十分に微分散していても、十分な定着性を得ることが困難となる虞れが高く、一方、添加量が3重量%を越えると、定着性の面では何ら問題はないが、経済的に不利なものとなるばかりでなく、トナーの色調、帯電性等に悪影響を及ぼす虞れが生じてくるためである。

【0032】本発明のフラッシュ定着電子写真トナーには、さらに必要に応じてワックス成分、電荷制御剤、流動化剤等の添加剤を配合することが可能である。

【0033】ワックス成分としては、ポリオレフィン系ワックスおよび天然ワックス等が用いられ得る。ポリオレフィン系ワックスとしては、ポリエチレン、ポリプロピレン、ポリブチレン、エチレン-プロピレン共重合体、エチレン-ブテン共重合体、エチレン-ペンテン共重合体、エチレン-3-メチル-1-ブテン共重合体、あるいはオレフィンとその他の単量体、例えばビニルエステル類、ハロオレフィン類、(メタ)アクリル酸エステル類、(メタ)アクリル酸ないしその誘導体等、との共重合体などが挙げられるが、その重量平均分子量が1000～45000程度のものであることが望ましい。また、天然ワックスとしては、カルバナロウ、モンタンロウ、天然パラフィン等が例示できる。

【0034】電荷制御剤としては、例えば、ニグロシン、モノアゾ染料、亜鉛、ヘキサデシルサクシネート、ナフトエ酸のアルキルエステルまたはアルキルアミド、ニトロフミン酸、N,N-テトラメチルジアミンベンゾフェノン、N,N-テトラメチルベンジジン、トリアジン、サリチル酸金属錯体等が例示できる。本発明のフラッシュ定着電子写真トナーにおいて使用される着色剤が黒色以外のものであるカラートナーの形態においては、電荷制御剤としては無色ないし淡色のものが好ましい。

【0035】また、流動化剤としては、例えば、コロイダルシリカ、疎水性シリカ、疎水性チタニア、疎水性ジルコニア、タルク等の無機微粒子、その他、ポリスチレンビーズ、(メタ)アクリル樹脂ビーズ等の有機微粒子などが用いられ得る。

【0036】本発明のフラッシュ定着電子写真トナーの製法としては、前記したように、重合物を球状微粒子と

して得ることのできる重合方法であればよく、例えば、懸濁重合、乳化重合、分散重合等に基づき、重合性単量体に、着色剤、赤外線吸収剤、さらには上記したようなワックス成分、電荷制御剤、流動化剤等の添加剤を配合してなる重合性単量体組成物を重合することにより行うことができる。しかしながら、これらの重合法のうち、懸濁重合が最も良好な物性のトナーをえることができるために最も望ましい。

【0037】あるいはまた、このような重合法、特に乳化重合、によって得られた微粒子をさらに凝集処理して所望粒径のトナー粒子とすることも可能であり、この場合においては、重合性単量体以外の成分は、重合系には添加しておかずこの凝集処理時に添加することも可能であり、また重合系および凝集処理系の双方にて添加することも可能である。

【0038】懸濁重合に基づき本発明の非接触定着用重合トナーを得る場合は、前記したような重合性単量体組成物を、水系媒体中に添加し、撹拌して所望の粒径の液滴（重合性単量体組成物粒子）を形成して重合を行なう。この懸濁重合は、液滴の粒子径の規制を行なった後あるいは粒子径の規制を行ないながら反応を行なうことが好ましいが、特に粒子径の規制を行なった後に反応を行なうことが好ましい。この粒子径の規制は、例えば、所定の成分を水性媒体に分散させた懸濁液をT、K、ホモミキサーにより撹拌して行なう。あるいはラインミキサー（例えばエバラムイルダー）等の高速撹拌機に1回ないし数回通過させることにより行われる。このようにして、上記液滴の粒子径が所定の大きさ、例えば0.1～500 $\mu$ m、好ましくは0.5～100 $\mu$ m、さらに好ましくは0.5～50 $\mu$ m程度のものとする。他の重合方法においても、それぞれの重合法に基づき重合を行う場合において、同様の粒子径規制を行うことが好ましい。

【0039】しかして、本発明においては、上記したような重合法によるトナーの製造工程において、上記したような赤外線吸収剤を微分散化処理した後、添加するが、その添加時期としては、重合性単量体組成物の調製段階から最終的に得られるトナー粒子を乾燥させるまでの間であれば特に限定されるものではない。

【0040】具体的には、例えば、重合系における重合性単量体組成物の調製工程、重合性単量体組成物の分散媒に対する分散工程、および重合性単量体組成物の重合反応工程、さらには凝集処理を行う場合にあっては、当該処理工程のいずれにおいても行うことができる。

【0041】さらに赤外線吸収剤の分散方法としても、各種の態様を取ることができ、具体例として、重合系ないしは凝集処理系において用いられる重合性単量体、溶剤、水系媒体、樹脂等に赤外線吸収剤を微分散させ添加する方法が挙げられる。なお、このうち、樹脂は、重合性単量体組成物を重合させた結果得られる球状微粒子を

意味するものではなく、このような重合性単量体組成物中に添加され得る重合性単量体組成物に溶解可能な樹脂、あるいは重合系に用いられる溶剤に添加され溶解可能な樹脂等を意味する物である。

【0042】重合性単量体、溶剤等の液状物への赤外線吸収剤の微分散方法は、例えば、ホモミキサー、バイオミキサー、エバラムイルダー等の高速剪断型分散機、コロイドミル、ホモミックラインミル等の摩擦型の分散機、ボールミル、サイドグラインドミル、パールミル、アトライター等のメディアミル等を用いる方法が例示できる。

【0043】また樹脂等への分散方法は、例えば、ロールミル、ニーダー、加圧ニーダー、パンバリミキサー、ラボプラスミル、1軸あるいは2軸の混練押出機等を用い、樹脂等と赤外線吸収剤を溶融混練し、樹脂等の固形状物に赤外線吸収剤を微分散する方法が例示できる。

【0044】赤外線吸収剤の微分散処理の程度は、赤外線吸収剤を添加して分散処理を行う重合性単量体、溶剤、水系媒体、樹脂等の種類によっても左右されるが、例えば、分散された赤外線吸収剤の粒径が0.5 $\mu$ m程度以下、より好ましくは0.01～0.3 $\mu$ m程度とすることが望ましい。

【0045】なお、これらの方法で赤外線吸収剤を微分散化処理する際に、顔料等の着色剤、電荷制御剤、ワックス等を同時に分散化処理しても何ら問題がなく、またこれらの分散を高濃度で行っても良い。

【0046】懸濁重合、分散重合及び乳化重合において用いられる分散剤あるいは乳化剤としては、ポリビニルアルコール、ゼラチン、トラガント、デンプン、メチルセルロース、カルボキシメチルセルロース、ヒドロキシエチルセルロース、ポリアクリル酸ナトリウム、ポリメタクリル酸ナトリウム、ポリビニルピロリドン等の高分子分散剤、ドデシルベンゼンスルホン酸ナトリウム、テトラデシル硫酸ナトリウム、ペンタデシル硫酸ナトリウム、オクチル硫酸ナトリウム、アリルアルキルポリエーテルスルホン酸ナトリウム、オレイン酸ナトリウム、ラウリル酸ナトリウム、カプリル酸ナトリウム、カプロン酸ナトリウム、ステアリン酸ナトリウム、オレイン酸カリウム、3,3'-ジスルホンジフェニル尿素-4,4'-ジアゾビス-アミノ-8-ナフトール-6-スルホン酸ナトリウム、オルトカルボキシベンゼン-アゾジメチルアニリン、2,2',5,5'-テトラメチルトリフェニルメタン-1,1'-ジアゾビス- $\beta$ -ナフトール-ジスルホン酸ナトリウム、アルキルナフタレンスルホン酸ナトリウム、ジアルキルスルホコハク酸ナトリウム、アルキルジフェニルエーテルジスルホン酸ナトリウム、ポリオキシエチレンアルキル硫酸ナトリウム、ポリオキシエチレンアルキルエーテル硫酸トリエタノールアミン、ポリオキシエチレンアルキルフェニルエーテル硫酸アンモニウム、アルキルスルホン酸

ナトリウム、 $\beta$ -ナフタレンスルホン酸ホルマリン縮合物のナトリウム塩、特殊芳香族スルホン酸ホルマリン縮合物のナトリウム塩、特殊カルボン酸型高分子界面活性剤、ポリオキシエチレンラルリルエーテル、ポリオキシエチレンセチルエーテル、ポリオキシエチレンステアリルエーテル、ポリオキシエチレンオクチルフェニルエーテル、ポリオキシエチレンノニルフェニルエーテル、ポリオキシエチレンソルビタンアルキレート、ラウリルトリメチルアンモニウムクロライド、ステアリルトリメチルアンモニウムクロライド、ジステアリルジメチルアンモニウムクロライド、アルキルベンジルジメチルアンモニウム等の界面活性剤、その他アルギン酸塩、ゼイン、カゼイン、硫酸バリウム、硫酸カルシウム、炭酸バリウム、炭酸マグネシウム、リン酸カルシウム、タルク、粘土、ケイソウ土、ベントナイト、水酸化チタン、水酸化トリウム、金属酸化物粉末等が挙げられる。

【0047】また重合に用いる重合開始剤としては、通常懸濁重合、分散重合に用いられる油溶性の過酸化物系あるいはアゾ系開始剤が利用できる。一例を挙げると、例えば、過酸化ベンゾイル、過酸化ラウロイル、過酸化オクタノイル、オルソクロロ過酸化ベンゾイル、オルソメトキシ過酸化ベンゾイル、メチルエチルケトンパーオキサイド、ジイソプロピルパーオキシジカーボネート、キュメンハイドロパーオキサイド、シクロヘキサノンパーオキサイド、 $t$ -ブチルハイドロパーオキサイド、ジイソプロピルベンゼンハイドロパーオキサイド等の過酸化物系開始剤、2, 2'-アゾビスイソブチロニトリル、2, 2'-アゾビス(2, 4-ジメチルバレロニトリル)、2, 2'-アゾビス(2, 3-ジメチルブチロニトリル)、2, 2'-アゾビス(2-メメチルブチロニトリル)、2, 2'-アゾビス(2, 3, 3-トリメチルブチロニトリル)、2, 2'-アゾビス(2-イソプロピルブチロニトリル)、1, 1'-アゾビス(シクロヘキサノ-1-カルボニトリル)、2, 2'-アゾビス(4-メチキシ-2, 4-ジメチルバレロニトリル)、2-(カルバモイルアゾ)イソブチロニトリル、4, 4'-アゾビス(4-シアノバレリン酸)、ジメチル-2, 2'-アゾビスイソブチレート等がある。乳化重合に用いられる水溶性の開始剤としては、例えば、過硫酸ナトリウム、過硫酸カリウム、過硫酸アンモニウム等の過硫酸塩類、ターシャリイソブチルハイドロパーオキサイド、クメンハイドロパーオキサイド、パラメンタンハイドロパーオキサイドなどの有機過酸化物類、過酸化水素等が挙げられる。このような重合開始剤は、重合性単量体に対して、0.01~20重量%、特に、0.1~10重量%使用されるのが好ましい。

【0048】このようにして得られる本発明に係るフラッシュ定着電子写真トナーは、電子写真法において目的とされる解像度等によっても左右されるが、平均粒径が

例えば、5~15 $\mu$ m、より好ましくは、5~10 $\mu$ m程度のものとされる。

【0049】本発明に係るフラッシュ定着電子写真トナーの定着には、キセノンフラッシュランプを用い、キセノンフラッシュランプの電気入力エネルギーは単位面積当たり1.6~3J/cm<sup>2</sup>で定着できる。その定着度が70%以上であると使用に際し問題を生じないが、70%以下の場合、摩擦力などで脱離が生じ接触した他の物を汚染する等の問題を生じる。

10 【0050】本発明のフラッシュ定着電子写真トナーは、例えば、バーコード印刷、ラベル印刷、タグ印刷、カールソン方式あるいはイオンフロー方式等のプリンターおよびコピー等の各種の用途に好適に使用できるものであり、特にカラー化した実施形態においても安価にて良好なフラッシュ定着性を発揮する製品を提供するために、これらの用途における画像のカラー化の要望に容易に対応できるものである。

【0051】

20 【実施例】以下本発明を実施例に基づきより具体的に説明する。なお、以下において、「%」および「部」は特に断らない限り重量によるものである。

【0052】実施例1

30 スチレン87.4部、赤外線吸収剤ビス(1, 2'-ジフェニレセナー-1, 2-ジチオール)ニッケル6部、赤色顔料(ライオネルレッドCP-A、東洋インキ製)100部、電荷制御剤(ボントロンE82、オリエント化学工業製)20部を混合し、ダイノミル(シンマルエンタープライゼス製)、ベッセル容量1Lにビーズ径0.8mmのジルコニアビーズをベッセル容量の80%充填し、ディスク周速15m/s、流速1500ml/minで10分間微分散化処理を行い、ミルベースを調製した。

【0053】このミルベース50部、スチレン41.3部、 $n$ -ブチルアクリレート15部、ジビニルベンゼン0.1部、2, 2'-アゾビスブチロニトリル(ABNR、日本ヒドラジン工業製)2部、2, 2'-アゾビス(2, 4-ジメチルバレロニトリル)(ABNV)2部を均一混合し重合性単量体組成物とした。

40 【0054】この重合性単量体組成物を、予め調整された0.04%のドデシルベンゼンスルホン酸ナトリウムと4%のリン酸カルシウムを含む水430部に添加し、ホモミキサー(特殊機化工製)にて8000rpmで5分間攪拌し懸濁液を得た。

【0055】この懸濁液を窒素雰囲気下で、重合粒子が沈降しない程度に全体を均一攪拌しながら昇温し、75℃で5時間重合を行った。

【0056】この重合液中の重合粒子径をコールターマルチサイダー11(コールター社製)で測定した結果、体積平均粒子径が7.3 $\mu$ mであった。

50 【0057】次いで、固液分離、洗浄を繰り返し行った

後、温度50℃の減圧乾燥機で24時間乾燥を行い、着色樹脂微粒子(1)を得た。

【0058】この着色樹脂微粒子(1)における赤外線吸収剤の分散状態をTEM写真で観察した結果、粒子中に均一に微分散しており、その粒子の大きさは0.1μm以下であった。

【0059】この着色樹脂微粒子(1)を電子写真用トナー原粉として用い、これに疎水性シリカ(アエロジルR-972、日本アエロジル製)を0.3%添加し充分混合してトナー(1)を得た。

【0060】このようにして得られたトナー(1)に対し、以下に示すような方法によって定着度、色調、画像上のカブリ、解像度に関して評価を行った。得られた結果を表1に示す。

#### 【0061】実施例2

スチレン70部、n-ブチルアクリレート30部からなる重合性単量体組成物を予め調製された0.9%ハイテノールN08(第一工業製薬製)水溶液230部に添加して、撹拌しながら70℃で8時間重合させて、固形分30%の乳化重合物を得た。

【0062】この乳化重合物に、下記条件で予め調製された、赤外線吸収剤分散液100部、顔料と電荷制御剤の分散液100部、10%ポリ塩化アルミニウム水溶液5部を添加し、撹拌下にゆっくり昇温し、70℃で1時間保持した。その間に樹脂粒子、赤外線吸収剤、顔料、電荷制御剤からなる凝集体が形成されるのを光学顕微鏡で確認した。

【0063】その後、実施例1と同様に、固液分離、洗浄、乾燥を行い、さらに風力分級して約8μmの着色樹脂微粒子(2)を得た。

【0064】この着色樹脂微粒子(2)を実施例1と同じ方法で粒子径測定した結果、体積平均粒子径が7.8μmであった。

【0065】この着色樹脂微粒子(2)を電子写真用トナー原粉として用い、実施例1と同様にトナー(2)を得た。

【0066】このようにして得られたトナー(2)についても実施例1と同様に性能評価を行った。得られた結果を表1に示す。

#### 【0067】赤外線吸収剤の微分散処理

赤外線吸収剤カヤソープCY-10(日本化薬製)1.5部、メタノール45部、水253.5部を混合し、バッチ式サンドミル(ベッセル容量1Lにビーズ径1.2mmのジルコニアビーズをベッセル容量の80%充填、ディスク周速8m/s)で30分間微分散処理を行い、赤外線吸収剤/メタノール/水分散液を得た。

【0068】この分散液中の赤外線吸収剤の粒子径を光学顕微鏡で確認した結果、0.3μm以下に微分散され\*

比較例1

スチレンアクリル樹脂(TB-1000、三洋化成製)

\*ていることが判った。

#### 【0069】顔料と電荷制御剤の微分散処理

フタロシアニンブルー(リオノールブルーES、東洋インキ製)15部、電荷制御剤(ボントロンE82、オリエント化学工業製)3部、メタノール45部、水237部を混合し赤外線吸収剤の微分散処理と同じ条件で微分散して顔料と電荷制御剤の分散液を得た。

#### 【0070】実施例3

ポリエステル樹脂(タフトンNE1110、花王製)、赤外線吸収剤カヤソープCY-10(日本化薬製)2部を混合し、ロール温度115℃の熱ロールで20分間溶融混練して樹脂中に赤外線吸収剤を微分散したマスターバッチを作成した。

【0071】このマスターバッチをトルエンに溶解し(赤外線吸収剤は溶解しない)赤外線吸収剤の分散粒子径を顕微鏡で観察した結果、0.5μm以下に微分散されていることが判った。

【0072】スチレン64部、n-ブチルアクリレート11.5部、ジビニルベンゼン0.1部、フタロシアニンブルー(リオノールブルーES、東洋インキ製)5部、電荷制御剤(ボントロンE82、オリエント化学工業製)1部、2,2'-アゾビスブチロニトリル(ABNR、日本ヒドラジン工業製)2部、2,2'-アゾビス(2,4-ジメチルバレロニトリル)(ABNV)2部を混合し、バイオミキサー((株)日音医理科学機器製作所製)にて20000rpmで10分間分散した。これに先に調製したマスターバッチ25部を添加し撹拌混合して重合性単量体組成物とした。

【0073】この重合性単量体組成物を、予め調整された0.2%ハイテノールN08(第一工業製薬製)水溶液430部に添加し均一混合した後、エバラムイルダー(荏原製作所製)にて、回転数12000rpm、流量230kg/Hrの運転条件下に前記混合液を1回通過させ、懸濁液を得た。

【0074】この懸濁液を実施例1と同様にして重合を行った。得られた重合液の粒子径を実施例1と同様にして測定した結果、体積平均粒子径が5.8μmであった。

【0075】次いで、固液分離、洗浄、乾燥を行い、着色樹脂微粒子(3)を得た。

【0076】この着色樹脂微粒子(3)を電子写真用トナー原粉として用い、実施例1と同様にトナー(3)を得た。

【0077】このようにして得られたトナー(3)についても実施例1と同様に性能評価を行った。得られた結果を表1に示す。

#### 【0078】

13

スチレンアクリル樹脂 (ST-95、三洋化成製)  
 赤色顔料 (ライオネルレッドC P-A、東洋インキ製)  
 電荷制御剤 (ボントロンE 82、オリエント化学工業製)  
 赤外線吸収剤

(ビス (1, 2'-ジフェニレセン-1, 2'-ジチオール) ニッケル)

上記のトナー組成物を粉体混合機 (ハイスピードミキサー、深江工業製) で充分混合した後、ラボプラストミル (東洋精機製) で溶融混合した。この混合物を冷却後、粗粉碎し、さらにジェットミルで微粉碎した。得られた微粉碎物を風力分級機で分級し、平均粒子径  $10.1 \mu\text{m}$  の比較用着色樹脂粒子 (C1) を得た。この比較用着色樹脂粒子 (C1) を電子写真用トナー原粉として用い、実施例1と同様にして、比較用トナー (C1) を得た。得られた比較用トナー (C1) について実施例1と同様に性能評価を行った。得られた結果を表1に示す。

#### 【0079】比較例2

スチレン85部、n-ブチルアクリレート15部、ジビニルベンゼン0.1部、2, 2'-アゾビスブチロニトリル (ABNR、日本ヒドラジン工業製) 2部、2, 2'-アゾビス (2, 4-ジメチルバレロニトリル) (ABNV) 2部、フタロシアニンブルー (リオノールブルーES、東洋インキ製) 6部、電荷制御剤 (ボントロンE 82、オリエント化学工業製) 1部、赤外線吸収剤 (カヤソープCY-17、日本化薬製) 0.5部からなる重合性単量体組成物を、直径2.5mmのガラスビーズ130gと共に450ml容マヨネーズビンに入れ、ペイントシェーカーで60分間分散混合した。

【0080】この重合性単量体組成物を、予め調整された0.04%のドデシルベンゼンスルホン酸ナトリウムと4%のリン酸カルシウムを含む水430部に添加し、ホモミキサー (特殊機化工製) にて8000rpmで5分間攪拌し懸濁液を得た。

【0081】この懸濁液を実施例1と同様にして重合を行った。得られた重合液の粒子径を実施例1と同様にして測定した結果、体積平均粒子径が  $6.2 \mu\text{m}$  であった。

【0082】次いで、リン酸3カルシウムを塩酸で溶解後、固液分離、洗浄を繰り返し行い、温度50℃の減圧乾燥機で24時間乾燥を行い、比較用着色樹脂微粒子 (C2) を得た。

【0083】この比較用着色樹脂微粒子 (C2) における赤外線吸収剤の分散状態をTEM写真で観察した結果、粒子中に均一に微分散しており、その粒子の大きさは  $2 \mu\text{m}$  以下であった。

【0084】この比較用着色樹脂微粒子 (C2) を電子写真用トナー原粉として用い、実施例1と同様にしてトナー (C2) を得た。

【0085】このようにして得られたトナー (C2) についても実施例1と同様に性能評価を行った。得られた結果を表1に示す。

14

20部  
 5部  
 1部  
 3部

#### 【0086】比較例3

実施例1における重合性単量体組成物において、赤外線吸収剤を添加しない以外は同様の組成とし、実施例1と同様の方法にて比較用着色樹脂粒子 (C3) を得た。

【0087】この比較用着色樹脂微粒子 (C3) を電子写真用トナー原粉として用い、実施例1と同様にしてトナー (C3) を得た。

【0088】このようにして得られたトナー (C3) についても実施例1と同様に性能評価を行った。得られた結果を表1に示す。

#### 【0089】(性能評価)

##### ・定着度試験

トナー4部、アクリル変性シリコン樹脂被覆キャリア96部からなる現像剤を、市販の複写機 (レオドライ7610、東芝製) にセットし、未定着画像を作成した後キセノンフラッシュランプを用いフラッシュ定着させた。

【0090】このフラッシュ定着画像を、スコッチメンディングテープ (3M製) を幅40mm、直径100mmの1.5kg金属ローラーで接着し30分間放置後、約  $135^\circ$  の角度で1分間で約20cmの速度で剥離するテープ剥離試験に供し、テープ剥離後の画像残存率を定着度として評価した。

【0091】テープ剥離後の画像残存率は、テープ剥離前後の画像濃度を測定し次式により算出した。

#### 【0092】

【数1】定着度 (%) = (テープ剥離後の画像濃度 / テープ剥離前の画像濃度)  $\times 100$

画像濃度は、マクベス反射濃度計RD514型 (A division kollmorgen Corp製) を用い測定した。

#### 【0093】・画像上のカブリ

白地画像部のトナーカブリを倍率20倍のルーペを用いて観察し評価した。なお、評価は次の3段階の基準によった。

【0094】○ トナーカブリなし。

【0095】△ トナーカブリがあるが問題ないレベル。

【0096】× トナーカブリが多く問題。

#### 【0097】・解像度

電子写真学会テストチャートNo1-R (1975) を用い、65line/inchのドット再現性及び3.2本/mmの細線再現性をそれぞれ実体顕微鏡写真 ( $\times 60$ ) を撮影し評価した。なお評価は次の3段階の基準によった。

【0098】○ ドット及び細線の太りまたは細りがほとんどなく、テストチャートをほぼ再現している。

【0099】△ ドット及び細線の太りまたは細りが若



干認められるが、問題ないレベル。

【0100】× ドット及び細線の太りまたは細りが著しく、欠損部がある。

#### 【0101】・色調評価

実施例及び比較例それぞれの組成で、赤外線吸収剤を含まないトナーを作成し、それを色調標準トナーとした。実施例および比較例のトナーのフラッシュ定着と、色調標準トナーのオープン定着画像との色調を肉眼にて比較し、赤外線吸収剤による色調への影響を調べた。なお、\*

\*評価は次の4段階の基準によった。

【0102】◎ 色調への影響が認められない。

【0103】○ 色調への影響がわずかに認められるが問題ない。

【0104】△ 色調への影響が認められる。

【0105】× 色調への影響が大きく色調が明らかに変化している。

【0106】

【表1】

	トナー	赤外線吸収剤*	添加量 (%)	添加前加工	分散粒径 (μm)	トナー粒子径 (μm)	定着度 (%)	カブリ	解像度	色調
実施例1	(1)	A	0.3	湿式分散	0.1	7.3	89	○	○	◎
実施例2	(2)	B	0.5	湿式分散	0.3	7.8	81	○	○	○
実施例3	(3)	C	0.5	湿式分散	0.5	5.8	75	○	○	◎
比較例1	(C1)	B	3.0	なし	分散不良	10.5	25	×	△	△
比較例2	(C2)	A	0.5	なし	2	6.2	65	○	○	○
比較例3	(C3)	—	—	—	—	7.0	11	○	○	※

\* A ビス (1, 2'-ジフェニレン-1, 2-ジチオール) ニッケル

$\lambda_{MAX}$  869nm

B カヤソープCY-10 日本化薬製

$\lambda_{MAX}$  799nm

C カヤソープCY-17 日本化薬製

$\lambda_{MAX}$  807nm

※トナー(1)の標準

#### 【0107】

【発明の効果】以上述べたように本発明は、重合法によってトナー粒子を得るものであるため、容易に小粒径トナーが得られ、かつ球形状あるいは球に近い形状であるため流動性が良好で、フラッシュ定着電子写真法のもつ高解像度が得られると言う特徴を充分発揮できるものである。また本発明においては、トナーに添加される赤外線吸収剤を、微分散化処理した後添加するものであるから赤外線吸収剤をトナー粒子間および粒子内に均一に微分散することができる。さらに本発明に用いられる赤外

線吸収剤は波長750～1100nmに最大吸収波長を有するものであってキセノンフラッシュ光を効率よく吸収できる。このため赤外線吸収剤の添加効率が高く、少量の添加で充分な定着が得られ、経済的にも有利であり、色汚染の問題、帯電性への影響もほとんどない。

【0108】さらに本発明による製造方法では、従来の粉碎法では分散不良を生じ使用困難であった赤外線吸収剤であっても、微分散化が可能で良好な結果を得ることができる。